

Requested document:

[JP2003034518 click here to view the pdf document](#)

ACTIVATED CARBON AND METHOD FOR MANUFACTURING IT

Patent Number:

Publication date: 2003-02-07

Inventor(s): YAMAZAKI NORIYUKI

Applicant(s): YAMAZAKI NORIYUKI; SEKO MITSUO

Requested Patent: ☐ [JP2003034518](#)

Application Number: JP20010220319 20010719

Priority Number(s): JP20010220319 20010719

IPC Classification: C01B31/12

EC Classification:

Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an activated carbon having a wide specific surface area and a method for manufacturing it from used tires as raw materials using less amount of KOH in a short heating time. **SOLUTION:** In the method for manufacturing activated carbon, used tires are pulverized and steels are removed to form chips of 3 to 5 mm square, and then the chip is dipped in 0.5 to 1 M potassium carbonate solution and stirred for 5 to 10 minutes. Thereafter, 4.5 g of the chip and 12 g of potassium hydroxide are mixed to make a sample, and the sample is placed on a boat, the boat is put into a tube, heated from room temperature to 920 deg.C in a short time (for about 40 minutes) in an electric furnace while introducing nitrogen gas, and held at 920 deg.C for 75 minutes. After heating, the sample is spontaneously cooled and taken out, fully washed with 500 cc of boiling water and boiled in 5 to 10% hydrochloric acid solution for 5 minutes, washed with hot water, filtered and dried at 110 deg.C for 2 hours to obtain the activated carbon having 1000 m²/g or more of specific surface area.

Data supplied from the [esp@cenet](#) database - 12

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-34518

(P2003-34518A)

(43) 公開日 平成15年2月7日 (2003.2.7)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 1 B 31/12

識別記号

F I

C 0 1 B 31/12

データベース (参考)

4 G 0 4 6

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-220319 (P2001-220319)

(22) 出願日 平成13年7月19日 (2001.7.19)

(71) 出願人 500514166

山崎 則幸

滋賀県愛知郡愛知川町大字愛知川1275-1

(74) 上記1名の代理人 100094190

弁理士 小島 清路 (外1名)

(71) 出願人 500514155

瀬古 三男

滋賀県近江八幡市市井町2棟の210番地301号

(74) 上記1名の代理人 100094190

弁理士 小島 清路

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 活性炭及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 廃タイヤを原料に、使用するKOHの量を少なく、短時間の加熱で比表面積が大きい活性炭を製造できる活性炭の製造方法及び活性炭を提供する。

【解決手段】 本発明の活性炭の製造方法は、廃タイヤを破碎・脱スチール化して3~5mm角程度のチップとし、次いで、該チップを0.5~1Mの炭酸カリウム溶液中に浸漬して約5~10分程度攪拌する。その後、該チップ4.5gと水酸化カリウム12gとを混合して試料を調製し、該試料をボートに載せ、該ボートをチューブに入れ、窒素ガスを通気して電気炉により常温から920℃まで一気に上昇させ（所要時間約40分）、920℃を75分保持して加熱した。加熱終了後、自然冷却させて試料を取り出し、約500ccの熱湯にて十分洗浄し、さらに5~10%塩酸溶液にて約5分間煮沸洗浄し、温水にて洗浄し、ろ過後110℃で2時間乾燥して比表面積が1000m²/g以上の活性炭を得る。

(2) 開2003-34518 (P2003-34518A)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1) 廃タイヤを粉砕してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することによって特徴とする活性炭の製造方法。

【請求項2】 上記炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液は、上記(4)において上記炭化物を洗浄することにより得られる洗浄廃液である請求項1記載の活性炭の製造方法。

【請求項3】 上記(3)において、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウムの重量との比が1:(3以下)である請求項1又は2記載の活性炭の製造方法。

【請求項4】 上記(3)において、窒素雰囲気下で加熱を行う請求項1乃至3のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項5】 上記(4)において、上記炭化物を酸性溶液により浸漬洗浄する請求項1乃至4のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項6】 上記(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行い、得られる活性炭の比表面積が $1000\text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項1乃至5のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項7】 (1) 廃タイヤを粉砕してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することにより得られることを特徴とする活性炭。

【請求項8】 上記(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行い、且つ比表面積が $1000\text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項7記載の活性炭。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は活性炭及びその製造方法に関し、更に詳しくは、廃タイヤを原料とし、製造過程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を少なく、且つ短時間の焼成で比表面積が大きい活性炭を製造することができる活性炭の製造方法及びその方法により得られ、比表面積が大きく、重金属成分の含有量が少ない活性炭に関する。

【0002】

【従来の技術】活性炭は物質を吸着する性質があることから、脱臭剤、溶液の精製剤等として広く使用されている。そして従来より、活性炭の製造方法としては、炭素質材料、例えば木材や椰子殻等の果実殻あるいは石炭等を原料として製造されている。

【0003】また、近年は自動車の普及にともなって廃タイヤの発生量が急増しており、しかも、処分場の処理能力等の問題から、その全てを単に廃棄処分することが困難となりつつあることから、廃タイヤの有効な再利用方法が検討されている。かかる観点から、廃タイヤを原料とした活性炭の製造方法が提案されている(特開平4-292409号公報、特開2000-302427号公報)。

【0004】例えば、特開平4-292409号公報によれば、廃タイヤをチップ化し、これと水酸化カリウム等のアルカリ金属塩とを混合して $600\sim700^\circ\text{C}$ で加熱することにより活性炭を製造する方法が記載されているが、この場合、得られる活性炭の比表面積は $450\text{ m}^2/\text{g}$ のレベルに留まっている。また、用いる水酸化カリウム等の量が大量になると、コスト高となる上、水酸化カリウム等が取り扱いに注意を要する物質であることから、特にスケールアップする際に障害となる。更に、加熱時間が長くなると、それに応じた設備が必要となるため、やはりコスト高となる上、容易に活性炭を得ることが難しくなるという問題がある。そこで従来より、廃タイヤを原料として、より経済的且つ容易に優れた品質の活性炭を製造することができる方法が求められている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記実情に鑑みてなされたものであり、廃タイヤを原料とし、製造過程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を少なく、且つ短時間の焼成で比表面積が大きい活性炭を製造することができる活性炭の製造方法及びその方法により得られ、比表面積が大きく、重金属成分の含有量が少ない活性炭を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記目的を達成するべく鋭意検討した結果、粉砕・脱スチール処理した廃タイヤのチップと水酸化カリウムとを混合して加熱する際に、予め該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中にて浸漬処理することにより、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らすことができると共に、短時間の加熱で比表面積が大きい活性炭を製造することができることを見出して本発明を完成するに至った。

【0007】本発明の活性炭の製造方法は、(1) 廃タイヤを粉砕してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することによって特徴とする。また、本発明の活性炭は、(1) 廃タイヤを粉砕してチップを調製し、その後、

(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することにより得られることを特徴とする。

【0008】

【発明の効果】本発明の活性炭の製造方法によれば、製造工程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らすことができると共に、加熱時間も短縮しても比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れた活性炭を製造することができる。また、本発明の活性炭の製造方法によれば、廃タイヤを原料とするため、廃タイヤを有効に再利用することができ、活性炭の製造工程で生じた洗浄廃液も有効に再利用できるので、洗浄液の廃棄量も低減することができる。更に、本発明の活性炭によれば、比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れたものとすることができる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明について、以下に詳細に説明する。

<工程(1)>本発明の活性炭の製造方法では、工程(1)として、原料である廃タイヤを粉砕してチップを調製する。粉砕方法については粉砕できる限り特に限定はなく、公知の粉砕機によって粉砕することができる。また、得られるチップの大きさについても、設備等の諸条件を考慮して種々の大きさとすることができ、通常は3～5mm角程度である。

【0010】また、タイヤ中には通常、ワイヤー等の金属が含まれており、かかる金属が残存していると、後述の工程(3)において、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムと加熱した際に水素ガスが大量に発生して危険であることから、この工程(1)において、脱スチール処理を行っておくことが好ましい。かかる脱スチール工程としては、例えば、公知の磁選機を用いて行うことができる。

【0011】<工程(2)>本発明の活性炭の製造方法では、上記工程(1)において調製されたチップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬する。かかる過程を備えることにより、廃タイヤに付着している油分等の汚れを除去できるだけでなく、チップ表面に炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを付着させることにより、チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱する際、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らし、加熱時間を短縮しても、なお高い比表面積を有する活性炭を製造することができる。

【0012】本発明の活性炭の製造方法では、後述する工程(3)でチップと水酸化カリウム及び／又は水酸化

ナトリウムとを混合して加熱する際、炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムが生じるので、加熱後の試料を洗浄することにより、炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液が生じる。そこで、上記工程(2)における上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」としては、水等の水系溶媒に炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを溶解させて調製したものをを用いてもよいが、上記のように、工程(3)で生じた炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液を用いてもよい。これにより、活性炭の製造過程で生じた洗浄廃液を有効に再利用することができるので好ましい。

【0013】上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」としては、炭酸カリウム単独、炭酸ナトリウム単独又は両者の混合物の溶液が含まれるが、特に炭酸カリウム溶液とすると、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。また、上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」中の炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム濃度については特に限定はないが、通常は0.1～2M、好ましくは0.2～1.5M、更に好ましくは0.5～1.0Mである。かかる範囲とすることにより、適度な粘度を有し、強アルカリのため取扱い上、上記濃度が適している。特に、後述する工程(3)で生じた炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液を上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」として用いる場合は、適宜加熱等により溶媒を除去することにより濃度を調節することができる。

【0014】工程(2)において、上記工程(1)で得られたチップを上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」に浸漬する場合、浸漬条件については特に限定はない。例えば、浸漬温度は通常は常温で約5～10分程度攪拌することにより行われるが、加熱しながら行うこともできる。当該チップの浸漬が終了した後は、チップを自然乾燥又は強制乾燥により乾燥させてから次の工程(3)に用いてもよく、また、乾燥させることなく湿潤した状態で次の工程(3)に用いてもよい。

【0015】<工程(3)>本発明の活性炭の製造方法では、廃タイヤのチップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液で洗浄した後、洗浄後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱する。かかる工程により、チップを炭化すると共に、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの腐蝕性により、炭化物の比表面積を向上させて活性炭とすることができる。

【0016】本発明の工程(3)においては、上記のように、水酸化カリウム単独、水酸化ナトリウム単独又は両者の混合物を使用できるが、特に水酸化カリウムを用いると、チップの加熱工程を容易に行うことができ、得られる炭化物が器具に付着することを防止できると共

に、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。また、両者を併用する場合、その混合比率については通常水酸化カリウム：水酸化ナトリウムが(9~4)：(1~6)である。かかる範囲とすることにより、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。

【0017】上記工程(3)において、上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの混合割合については特に限定はなく、種々の範囲とすることができる。通常は、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの重量との比を1：4となるように上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムを混合するが、本発明の活性炭の製造方法においては、上記工程(2)を経ることにより、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの使用量を低減することができる。具体的には、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの重量との比を1：(3以下)、好ましくは1：

(2.8以下)、更に好ましくは1：(2.7以下)とすることができる。これにより、取り扱いに注意を要する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの使用量を減らすことができ、容易且つ安価に優れた性質の活性炭を製造することができるので好ましい。更に、約380℃で約30分程度維持するという中間加熱の工程を省略できる。

【0018】上記工程(3)における加熱条件については特に限定はなく、種々の条件で加熱することができる。例えば、加熱温度については通常800~950℃、好ましくは880~920℃であり、加熱時間は通常50~120分、好ましくは60~90分である。本発明の活性炭の製造方法では、このように従来よりも短い加熱時間であっても十分に比表面積の大きい優れた活性炭とすることができる。また、加熱雰囲気としては不活性ガス(窒素、アルゴン、ヘリウム等)の雰囲気下が好ましく、例えば窒素雰囲気下で行うと、得られる活性炭の比表面積を向上させることができるので好ましい。

【0019】<工程(4)>本発明の活性炭の製造方法では、上記工程(3)において得られた炭化物を洗浄する。かかる過程を備えることにより、上記工程(3)において得られた炭化物の表面に残存している成分を除去することができる。

【0020】本発明の工程(4)において、炭化物を洗浄する際に用いる洗浄液については特に限定はなく、通常は水、熱水等の水系溶媒が用いられる。これにより、上記のように炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液が得られ、これを上記工程(2)において再利用することができる結果、洗浄廃液を有効に利用できるので好ましい。また、洗浄方法・条件についても特に限定はなく、具体的状況に応じて種々の方法・条件とすることができる。

【0021】また、洗浄液として、酸性溶液を用い、上記炭化物を浸漬洗浄すると、上記工程(3)において得られた炭化物の表面に残存している炭酸カリウム等のアルカリ成分を中和除去できると共に、チップ中に残存していた亜鉛等の重金属成分を除去することができるので好ましい。上記「酸性溶液」の種類、性質等については、酸性である限り特に限定はない。例えば、酸性溶液の種類としては、塩酸、硫酸水溶液が挙げられ、この中で通常は塩酸水溶液が用いられる。また、上記「酸性溶液」の濃度についても適宜調整することができるが、通常は5~20%、好ましくは5~10%の範囲である。尚、酸性溶液による処理により得られた活性炭については、その後、付着している酸性成分等を除去するために、適宜蒸留水等により洗浄することが好ましい。この洗浄方法・条件については特に限定はない。

【0022】本発明の工程(4)において洗浄後の活性炭の乾燥条件についても特に制限はなく、自然乾燥でもよく、また、乾燥機等を用いた加熱乾燥によってもよい。

【0023】本発明の活性炭は、上記本発明の活性炭の製造方法により得られるものであり、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量が少なく、加熱時間が短くても比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れている。具体的には、比表面積が1000m²/g以上、好ましくは1050m²/g以上とすることができる。特に、上記工程(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行うと、容易に比表面積を上記範囲とすることができるので好ましい。

【0024】

【実施例】以下、本発明について、実施例を挙げて具体的に説明する。尚、本発明においては、以下の具体的実施例に示すものに限られず、目的、用途に応じて種々変更した実施例とすることができる。

(1) 比較例1及び2

比較例として、本発明の工程(2)を除いて活性炭の製造を行った。廃タイヤをタイヤ破砕機を用いて破砕し、磁選機を用いて脱スチール化を行い、更に破砕を行って3~5mm角程度のチップを調製した。そして、図1に示す活性炭の製造装置を用いて活性炭の製造を行った。即ち、上記チップ4.5gと水酸化カリウム18gとを混合して試料を調製し、該試料1(図1参照)を2個のセラミック製ポート2に分割して載せた。次に、2個の上記セラミック製ポート2をセラミック製チューブ3(内径37mm、長さ600mm)の中央付近に入れ、その両側をシリコンキャップ4で密閉し、次いで該シリコンキャップ4の中央に孔を開け、送排気管5を両側より1cm程度挿入した。

【0025】その後、送排気管5の一方から窒素ガスを0.5~0.6リットル/分で通気し、他方からガスホ

ルダ-6へ抜けるようにした。そして、上記セラミック製チューブ3を電気炉7に装着して加熱を行った。加熱は常温から380℃まで上げ(所要時間約7分)、380℃を30分保持し、更に380℃から880℃まで上げ(所要時間約24分)、880℃を100分保持した。加熱終了後、上記セラミック製ポート3を自然冷却させてポート上の試料1を取り出し、約500ccの熱湯にて十分洗浄した(この洗浄液を「A液」という。)。ろ過後、さらに5~10%塩酸溶液にて約5分間煮沸洗浄し、ろ過後温水にて軽く洗浄し、ろ過後110℃で2時間乾燥して比較例1の活性炭を得た。また、加熱条件として、常温から880℃まで一気に上昇させ(所要時間約37分)、880℃を100分保持する他は上記と同じ条件・方法で、比較例2の活性炭を得た。

【0026】(2) 実施例1及び2

上記比較例で得られたA液を加熱し、水分を蒸発させることにより、0.5~1Mの炭酸カリウム溶液を調製した(以下、「B液」という。)。そして、上記参考例と同じ手順でチップを調製し、次いで該チップを上記B液中に浸漬して約5~10分程度攪拌した。そして、上記チップを上記B液から取り出して、該チップ4.5gと水酸化カリウム12gとを混合し、実施例に係わる試料を調製した。

【0027】次に、上記比較例の場合と同じく、図1に

示す活性炭の製造装置を用いて活性炭の製造を行った。即ち、試料1(図1参照)を2個のセラミック製ポート2に載せてセラミック製チューブ3の中央付近に入れ、窒素ガスを通気し、電気炉7により加熱を行った。加熱は常温から920℃まで一気に上昇させ(所要時間約40分)、920℃を75分保持した。加熱終了後、上記比較例の場合と同じ手順で洗浄、塩酸処理、乾燥を行い、実施例1の活性炭を得た。また、加熱条件として、常温から380℃まで上げ(所要時間約7分)、380℃を30分間保持した後、更に380℃から920℃まで上げ(所要時間約27分)、920℃を75分間保持する他は実施例1と同じ条件・方法により、実施例2の活性炭を得た。

【0028】(3) 評価

上記実施例及び比較例の活性炭について、カンタクローム社製「オートソーブ-1」にて、液体窒素温度での窒素吸着量(相対圧:0.1~0.3)を測定し、BET法により比表面積を求めた。尚、測定は試料を110~120℃で3時間乾燥し、重量を求めた後、120℃で減圧脱気してから行った。その結果を以下の表1にまとめた。

【0029】

【表1】

表 1

	C:KOH比	K ₂ CO ₃ 浸漬	加熱条件			比表面積 (m ² /g)
			380℃(30分)	880℃(100分)	925℃(75分)	
実施例1	1 : 2.7	○	—	—	○	1080
実施例2	1 : 2.7	○	○	—	○	1090
比較例1	1 : 4.0	—	○	○	—	1230
比較例2	1 : 4.0	—	—	○	—	1010

【0030】また、実施例1の活性炭について、蛍光X線分析法により、含有元素の種類について調べた。その結果、検出元素として、C, Cl, K, S, Si, Ca, Al及びFeが検出された。

【0031】(4) 結果

表1より、炭酸カリウム溶液に浸漬していない比較例1及び2では比表面積が1230及び1010m²/gであった。特に常温から一気に880℃まで加熱した比較例2では1010m²/gであるのに対し、常温から380℃まで上昇・保持し、次いで880℃まで上昇・保持させた比較例1では1230m²/gであった。

【0032】一方、実施例1及び2では、比較例1及び2よりも水酸化カリウムの使用量が少なく、加熱時間が短いにもかかわらず、比表面積が1080及び1090m²/gであり、比較例1及び2に劣らない優れた性質の活性炭であることが判る。特に、上記のように比較例1と2とを対比すると、加熱条件が変化するだけで比表面積が1230m²/gから1010m²/gと大きく

変化するのに対し、実施例1及び2では、加熱条件が変化しても1090m²/gから1080m²/gと変化の幅が小さく、加熱条件によらず安定した比表面積とすることができることが判る。更に、実施例1及び2では、上記比較例1及び2の活性炭の洗浄により生じた洗浄廃液を炭酸カリウム溶液として再利用していることから、洗浄廃液を有効に再利用することができることが判る。また、蛍光X線分析法により、含有元素の種類について調べた結果、ZnやCr等の重金属類は検出されなかった。

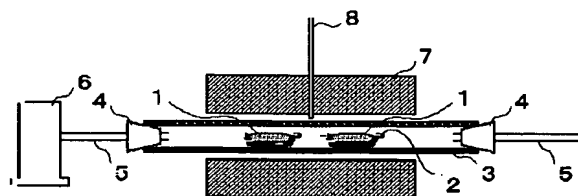
【図面の簡単な説明】

【図1】本実施例で用いた活性炭の製造装置の説明図である。

【符号の説明】

1; 試料、2; ポート、3; セラミック製チューブ、4; シリコンキャップ、5; 送排気管、6; ガスホルダー、7; 電気炉、8; 温度計。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 山崎 則幸

滋賀県愛知郡愛知川町大字愛知川1275-1

Fターム(参考) 4G046 HA09 HB05 HC03 HC12